

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-277453

(43)Date of publication of application : 25.09.2002

(51)Int.Cl.

G01N 31/00
G01N 21/78
G01N 31/22

(21)Application number : 2001-074432

(71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 15.03.2001

(72)Inventor : SHIBATANI MASAYA
ONISHI HIROYUKI

(54) TEST PAPER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a test paper which is capable of simply measuring the concentration of oxidants in air, being used even in the case that measuring time runs over a long time, is highly reactive with the oxidants, and is capable of measuring the oxidants even if it is of a very small amount.

SOLUTION: In the test paper for measuring the concentration of the oxidants in air, a coating layer is provided on a sheet-shaped base material, and at least potassium iodide and porous pigment are contained in the coating layer.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-277453
(P2002-277453A)

(43) 公開日 平成14年9月25日 (2002.9.25)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テマコード [*] (参考) |
|---------------------------|-------|---------------|-------------------------|
| G 0 1 N 31/00 | | C 0 1 N 31/00 | L 2 G 0 4 2 |
| 21/78 | | 21/78 | A 2 G 0 5 4 |
| 31/22 | 1 2 1 | 31/22 | 1 2 1 C |

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願2001-74432(P2001-74432)

(22) 出願日 平成13年3月15日 (2001.3.15)

(71) 出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社
東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72) 発明者 柴谷 正也

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(72) 発明者 大西 弘幸

長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

(74) 代理人 100095728

弁理士 上柳 雅誉 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 試験紙

(57) 【要約】

【課題】 空気中のオキシダント濃度を簡便に測定できる試験紙であって、測定時間が長時間に亘る場合にも使用でき、且つオキシダントとの反応性が高く、空気中のオキシダントが微量でもその検出が可能な試験紙を提供すること。

【解決手段】 本発明の試験紙は、空気中のオキシダント濃度を測定する試験紙であって、シート状基材上に塗工層を設け、該塗工層に、少なくともヨウ化カリウム及び多孔質顔料を含有させたことを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 空気中のオキシダント濃度を測定する試験紙であって、

シート状基材上に塗工層を設け、該塗工層に、少なくともヨウ化カリウム及び多孔質顔料を含有させた試験紙。

【請求項2】 前記塗工層が、前記ヨウ化カリウム0.01～50重量%及び前記多孔質顔料10～98重量%を含有する請求項1記載の試験紙。

【請求項3】 前記多孔質顔料が、シリカゲル及びアルミナからなる群から選ばれる1種又は2種以上である請求項1又は2記載の試験紙。

【請求項4】 前記塗工層がバインダーを含有しており、該バインダーの含有量が3～70重量%である請求項1～3の何れかに記載の試験紙。

【請求項5】 前記バインダーが酸化デンプンである請求項4記載の試験紙。

【請求項6】 前記多孔質顔料のBETによる比表面積が150～400m²/gである請求項1～5の何れかに記載の試験紙。

【請求項7】 前記多孔質顔料の平均粒径が0.01～10μmである請求項1～6の何れかに記載の試験紙。

【請求項8】 前記塗工層の塗工量が固形分換算で1～30g/m²である請求項1～7の何れかに記載の試験紙。

【請求項9】 前記塗工層についてのJ. TAPPI No. 48-85に従い測定された空隙率が5～65%である請求項1～8の何れかに記載の試験紙。

【請求項10】 前記シート状基材が中性紙である請求項1～9の何れかに記載の試験紙。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、空気中に存在するオゾン等のオキシダント濃度を簡便に測定するための試験紙に関する。

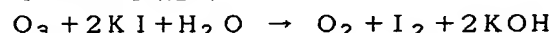
【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】オキシダントは、全オキシダント、光化学オキシダント、オゾン等の酸化性物質の総称である。空気中のオキシダントは、微量でも生体に対して強い毒性を有しているため、空気中のオキシダント濃度は、大気汚染防止法に基づいて全国の測定局で測定されている。また、近年、書物や印刷物等の紙媒体の経時劣化（変色等）が問題となっているが、空気中のオキシダント、特にオゾンが紙媒体の経時劣化の原因の一つとなっていることが判っており、紙媒体の開発現場等においてもオキシダント（オゾン）濃度の測定がしばしば行われている。

【0003】空気中のオキシダント濃度を測定するための測定器具としてはオキシダント自動測定機があるが、より簡便に空気中のオキシダント濃度を測定したい場合に適した測定器具として、オゾン試験紙がある。オゾン

試験紙は、紙にヨウ化カリウムを含浸させたもので、空気中のオゾンにより該オゾン試験紙自体が黄褐色（デンプンが含有されていれば青～紫色）に呈色し、その色調（呈色度合い）でおおよそのオキシダント（オゾン）濃度を知ることができるというものである。呈色は、下記〔化1〕に示す化学反応に従い、遊離したヨウ素により発現する。

【0004】〔化1〕



【0005】しかし、前記オゾン試験紙は、呈色反応の有効成分であるヨウ化カリウムを紙基材に含浸させたものであるため、単位面積当たりのヨウ化カリウムの含有量があまり多くなく、測定時間（オゾン試験紙がオゾンに晒されている時間）が長時間に亘る場合や高濃度のオキシダント測定には使用することができなかった。また、前記オゾン試験紙は、オゾンとの反応性の点でも満足できるレベルになく、空気中のオゾン濃度が一定値を下回ると、呈色が発現しないか、あるいは呈色しても色が薄くて確認できないことがあり、微量のオゾンを検出できない場合があった。

【0006】従って、本発明の目的は、空気中のオキシダント濃度を簡便に測定できる試験紙であって、測定時間が長時間に亘る場合や高濃度のオキシダント測定にも使用でき、且つオキシダントとの反応性が高く、空気中のオキシダントが微量でもその検出が可能な試験紙を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記目的を達成すべく種々検討した結果、オキシダント（オゾン）と呈色反応するヨウ化カリウムを、単に基材に含浸させるのではなく、シリカゲル等の多孔質顔料と共に基材上に塗工することにより、前記目的を達成できることを知見した。

【0008】本発明は、前記知見に基づきなされたもので、空気中のオキシダント濃度を測定する試験紙であって、シート状基材上に塗工層を設け、該塗工層に、少なくともヨウ化カリウム及び多孔質顔料を含有させた試験紙を提供することにより前記目的を達成したものである。

【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明の試験紙について説明する。本発明の試験紙は、シート状基材上に白色の塗工層が設けられてなるもので、この塗工層が、空気中のオキシダント（オゾン）と反応して黄褐色や赤紫色等に呈色する（呈する色は塗工層の組成等により異なる）ようになっており、その色調（呈色度合い）により、空気中のオキシダント濃度を知ることができるというものである。

【0010】本発明に係る塗工層は、必須成分としてヨウ化カリウム及び多孔質顔料を含有する。ヨウ化カリウ

ムは、前記〔化1〕で示したように、水の存在下（空気中の水分）でオゾンと反応してヨウ素を遊離するもので、塗工層の呈色を発現させるものである。

【0011】ヨウ化カリウムの含有量は、前記塗工層中、好ましくは0.01～50重量%、更に好ましくは0.1～8重量%である。ヨウ化カリウムの含有量が0.01重量%未満では、塗工層の呈色が不十分でオキシダント濃度の測定が不可能となるおそれがあり、50重量%超では、ヨウ化カリウムが結晶化して析出するおそれがある。また、本発明の試験紙におけるヨウ化カリウムの単位面積当たりの含有量としては、前記塗工層の塗工量にもよるが、好ましくは0.1～15g/m²、更に好ましくは0.2～10g/m²である。

【0012】前記塗工層に含有される前記多孔質顔料としては、例えば、沈殿法、ゲルタイプ、気相法等のシリカ系の他、スメクタイト粘土、炭酸カルシウム、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、二酸化チタン、カオリン、白土、タルク、珪酸マグネシウム、珪酸カルシウム、酸化アルミニウム、アルミナ、擬ペーナイト等が挙げられ、これらの1種又は2種以上が用いられる。これらのうち、特に沈殿法シリカゲル、気相法シリカゲル及びアルミナからなる群から選ばれる1種又は2種以上を用いることが、塗工層の空隙率、白色度等の向上、不純物の混入防止の点で好ましい。

【0013】前記多孔質顔料のBETによる比表面積は、塗工層とオキシダントとの反応性を高めて、微量のオキシダントでも検出可能とする観点から、好ましくは150～400m²/g、更に好ましくは200～350m²/gである。

【0014】また、前記多孔質顔料の平均粒径は、通常顔料として使用できる範囲のものであればよいが、高反応性及び顔料の製造し易さの観点から、好ましくは0.01～10μm、更に好ましくは0.02～1μmである。

【0015】前記多孔質顔料の含有量は、前記塗工層中、10～98重量%であることが好ましく、20～80重量%であることが更に好ましい。含有量が10重量%未満では、塗工層中に無数の空隙を形成することができず、塗工層の外気との接触性が低下するため、塗工層とオキシダントとの反応性が低下するおそれがある。また、含有量が98重量%超では、塗工層の塗膜強度が低下するおそれがある。

【0016】本発明に係る塗工層には、塗膜強度を高める観点から、バインダーを含有させることが好ましい。バインダーとしては、この種の塗工層において通常用いられるものと同様のものから選択でき、例えば、デンプン、ポリビニルアルコール、シラノール変性ポリビニルアルコール、酢酸ビニル、カルボキシメチルセルロース等のセルロース誘導体、カゼイン、ゼラチン、スチレン-ブタジエン共重合体等の共役ジエン系共重合体ラテッ

クス、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のビニル系共重合体ラテックス、アクリル酸及びメタクリル酸の重合体等のアクリル系共重合体ラテックス、ポリビニルアセタール類等が挙げられる。

【0017】前記バインダーとしては、特に酸化デンプンを用いることが好ましい。酸化デンプンを前記塗工層中に含有させることにより、オキシダントと該塗工層中のヨウ化カリウムとの反応により該塗工層中に遊離するヨウ素の毒性をキレート反応により低下させることが可能となると共に、ヨウ素-デンプン反応により該塗工層の呈色をより鮮明にして、呈色度合いの視認性を向上させることができる。

【0018】前記バインダーの含有量は、前記塗工層中、3～70重量%であることが好ましく、5～50重量%であることが更に好ましい。バインダーの含有量が3重量%未満では、上述したような効果が期待できず、含有量が70重量%超では、該塗工層の微細な空隙が埋まってしまう、オキシダントとの反応性が低下して、試験紙としての機能が発揮されないおそれがある。

【0019】本発明に係る塗工層には、必要に応じ、防かび剤、防腐剤、分散剤、界面活性剤、増粘剤、pH調整剤、消泡剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤等の添加剤を含有させることができ、これらの1種又は2種以上が用いられる。

【0020】前記塗工層の塗工量は、固形分換算で好ましくは1～30g/m²、更に好ましくは5～15g/m²である。塗工量が1g/m²未満では、オキシダントとの反応による呈色部分が少なすぎて試験紙としての機能を十分に発揮できないおそれがあり、30g/m²超では、塗工層の粉落ちが発生するおそれがある。尚、前記塗工層自体の厚みとしては、1～30μmが好ましく、2～10μmが更に好ましい。

【0021】また、前記塗工層は、J. TAPPI No. 48-85に従い測定された空隙率が、好ましくは5～65%、更に好ましくは10～50%である。空隙率が5%未満では、塗工層の外気に晒される部分が少なく、オキシダントとの反応性が低下するおそれがあり、65%超では、前記多孔質顔料の脱落等を生じるおそれがある。塗工層の空隙率を前記範囲内とする方法としては、前記多孔質顔料と前記バインダーとの含有比を調整する方法や、塗工層中に含有される前記多孔質顔料の粒径等を調整する方法等が挙げられる。

【0022】本発明の試験紙を構成する前記シート状基材としては、紙を用いることが好ましく、特に無サイズ紙又は中性紙が好ましい。

【0023】前記シート状基材の坪量は、特に制限されないが、好ましくは35～200g/m²程度、更に好ましくは80～150g/m²程度であると、取り扱いが容易である。前記シート状基材の厚みは特に制限されない。

【0024】本発明の試験紙は、前記シート状基材上に、上述の如き組成の前記塗工層を設けたものであるが、該シート状基材及び該塗工層には、ホウ酸等のホウ素源、ミョウバン、無機金属塩等の塩類が混入しないようにすることが重要である。ホウ酸等が混入すると、塗工層中のヨウ化カリウムと反応して該塗工層が青紫色となってしまう、呈色反応の視認性が著しく低下するためである。

【0025】また、本発明の試験紙は、オキシダントとの反応性を高める観点から、該試験紙全体（前記塗工層と前記シート状基材とが一体となったもの）の含水率が、3～10重量%であることが好ましく、5～9重量%であることが更に好ましい。該含水率が10重量%超では、塗工層の強度が低下するおそれがある。

【0026】本発明の試験紙は、例えば、次のようにして製造される。前記塗工層の構成成分（ヨウ化カリウム、多孔質顔料、バインダー、各種添加剤）を水に分散させて塗工液を調製し、該塗工液を、ロールコーター、ブレードコーター、エアナイフコーター、ゲートルールコーター、サイズプレス等の公知の塗工手段により前記基材に塗工し、熱風乾燥機、遠赤外線乾燥機等の公知の乾燥手段を用いて加熱乾燥する。加熱乾燥は、通常の塗工紙の製造における加熱乾燥条件よりも緩やかな条件で行うことが好ましく、具体的には、10～60℃程度の比較的低温で、ある程度時間をかけて行うことが好ましい。

【0027】本発明の試験紙の使用に際しては、オキシダント（オゾン）濃度を測定したい場所に単に放置しておくだけでよい。該試験紙の塗工層は、オキシダント（オゾン）を含む空気に晒されると、前記〔化1〕に示す化学反応により遊離してくるヨウ素により、黄褐色や赤紫色等（塗工層にデンブ系のバインダーを含有させた場合は紫色系になる）に呈色するので、これにより空気中のオキシダント（オゾン）の存在を確認できる。また、空気中のオキシダント（オゾン）濃度に比例して塗工層中に遊離ヨウ素が蓄積される結果、該塗工層の色調

<塗工液1の組成>

| | |
|------------------------------|---------|
| ・ シリカゲル（商品名「P78A」、水沢化学製） | 100重量部 |
| ・ ヨウ化カリウム（東京化成製） | 100重量部 |
| ・ 酸化デンブ（商品名「MS3800」、日本食品加工製） | 50重量部 |
| ・ 水 | 1170重量部 |

【0033】〔実施例2〕実施例1の塗工液1に代えて、下記組成の塗工液2を用いた以外は実施例1と同様

<塗工液2の組成>

| | |
|------------------------------|---------|
| ・ シリカゲル（商品名「P78A」、水沢化学製） | 100重量部 |
| ・ ヨウ化カリウム（東京化成製） | 10重量部 |
| ・ 酸化デンブ（商品名「MS3800」、日本食品加工製） | 10重量部 |
| ・ 水 | 1170重量部 |

【0035】〔実施例3〕実施例1の塗工液1に代えて、下記組成の塗工液3を用いた以外は実施例1と同様

（呈色度合い）が濃くなるので、予め、塗工層の呈色度合いと空気中のオキシダント（オゾン）濃度との対応関係を調べておけば、塗工層の呈色度合いを観るだけで、おおよそのオキシダント（オゾン）濃度を知ることができる。

【0028】本発明の試験紙は、前述したように、その塗工層が、比表面積の大きい多孔質顔料を含有しており、無数の空隙を有しているため、外気との接触性が高い。そのため、空気中に存在するオキシダント（オゾン）が、従来のオゾン試験紙では検出できないような微量であっても、該塗工層は鋭敏に反応して速やかに呈色する。また、本発明の試験紙は、塗工層中に呈色反応の有効成分（ヨウ化カリウム）を含有するので、該塗工層の組成比や塗工量を適宜調整することにより、該有効成分の単位面積当たりの含有量を増量することができ、その結果、従来の含浸タイプのオゾン試験紙のように、有効成分が短時間で消費されることがなく、高濃度のオキシダント（オゾン）測定や長期に亘る測定でも使用できる。

【0029】本発明は、その趣旨を逸脱しない範囲で種々の変更が可能である。例えば、前記塗工層は、前記シート状基材の片面に設けてもよく、両面に設けてもよい。また、前記シート状基材として、オキシダント呈色反応の有効成分であるヨウ化カリウムを予め含浸させたものを用いることもできる。

【0030】

【実施例】以下に、実施例を挙げて、本発明を更に詳しく説明するが、本発明は、かかる実施例に制限されるものではないことはいう迄もない。

【0031】〔実施例1〕下記組成の塗工液1を、中性紙（商品名「マシュマロ」、坪量128g/m²、王子製紙製）の片面に、乾燥後の塗工量が15g/m²となるようにバーコーターにより塗工した後、乾燥温度40℃で乾燥して試験紙1を得た。

【0032】

にして試験紙2を得た。

【0034】

にして試験紙3を得た。

【0036】

<塗工液3の組成>

- ・ シリカゲル（商品名「P78A」、水沢化学製） 100重量部
- ・ ヨウ化カリウム（東京化成製） 10重量部
- ・ 水 1170重量部

【0037】〔比較例1〕市販のオゾン試験紙（商品名「よう化カリウムでんぷん Standard test paper」、東洋沓紙製）を試験紙4とした。このオゾン試験紙は、紙にヨウ化カリウムを含浸させた、いわゆる含浸タイプの試験紙であり、塗工層を有していない。

【0038】〔試験例〕

（オゾン暴露による色調変化試験）上記のようにして得られた試験紙1～4に対してオゾン暴露処理を行い、暴露オゾン総量と各試験紙の塗工層の色調変化との相関性を評価した。スガ試験機製オゾンウェザオメーター（OMH-S）型装置を用いて、各試験紙（5cm×10cm）に対してオゾン暴露処理を行った。そして、オゾン

暴露処理後の各試験紙の塗工層について、色差計により、オゾン暴露処理前の試験紙の塗工層に対する色差（ ΔE ）を求めた。その結果を、オゾン暴露処理条件〔単位時間当たりのオゾン導入量（ppm/h）、暴露時間（h）〕と併せて下記表1に示す。また、各試験紙について、暴露オゾン総量〔ppm、単位時間当たりのオゾン導入量（ppm/h）×暴露時間（h）〕と色調変化（色差 ΔE ）との関係を示すグラフを下記図1に示す。

【0039】

【表1】

| オゾン導入 量 (ppm/h) | 暴露時間 (h) | 暴露オゾン 総量 (ppm) | 色差 ΔE | | | |
|--------------------|-------------|-------------------|---------------|------|------|------|
| | | | 実施例1 | 実施例2 | 実施例3 | 比較例1 |
| 0.1 | 2 | 0.2 | 2.5 | 2.5 | 2 | 0.3 |
| | 12 | 1.2 | 3 | 3 | 2 | 0.5 |
| | 24 | 2.4 | 3 | 3 | 2 | 0.2 |
| 2 | 2 | 4 | 3.5 | 3.5 | 4 | 0.2 |
| | 12 | 24 | 8 | 8 | 6 | 1.0 |
| 10 | 2 | 20 | 8 | 8 | 7 | 1.5 |
| | 4 | 40 | 9 | 10 | 9 | 2 |
| | 8 | 80 | 14 | 15 | 16 | 4 |
| | 12 | 120 | 32 | 30 | 28 | 5 |
| 50 | 4 | 200 | 55 | 42 | 33 | 7 |
| | 6 | 300 | 71 | 52 | 45 | 8 |
| 100 | 4 | 400 | 85 | 60 | 50 | 6 |

【0040】図1に示すグラフから明らかなように、実施例1～3（試験紙1～3）は、何れも暴露オゾン総量（ppm）にほぼ比例して色差 ΔE が変化しており、色調変化が容易に観察できる。一方、比較例1（試験紙4）は、暴露オゾン総量に対応して色差 ΔE が多少変化する傾向が見られるものの、全体的に色調変化に乏しい。また、実施例1は、実施例2及び3と比べてヨウ化カリウムの含有量が多いので、暴露オゾン総量が多くなっても色調変化がよりはっきりと観察できる。また、実施例2と実施例3との比較（特に暴露オゾン総量100ppm以上における比較）から、酸化デンプンの添加が、呈色度合いの視認性の向上に有効であることが判る。

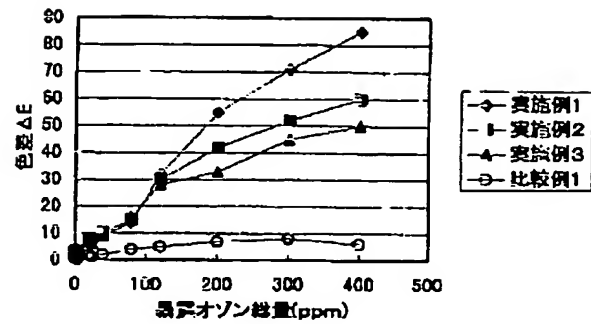
【0041】

【発明の効果】本発明の試験紙によれば、単に試験紙を放置しておくだけで、その塗工層が空気中のオキシダント（オゾン）により呈色し、オキシダント（オゾン）濃度に比例して色調変化するので、空気中のオキシダント濃度を簡便に知ることができる。特に、本発明の試験紙によれば、従来のオゾン試験紙では検出できないような微量のオキシダントの検出が可能であり、また、呈色反応の有効成分（ヨウ化カリウム）を多量に含有できるので、高濃度のオキシダント測定や長期に亘る測定にも使用できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例及び比較例についての暴露オゾン総量と色調変化との関係を示すグラフである。

【図1】



フロントページの続き

Fターム(参考) 2G042 AA01 BB10 BE03 CA01 CB01
 DA08 FA11 FB07 FC03 FC05
 FC07 GA04 GA05 HA10
 2G054 AA01 AB10 BB06 BB11 BB13
 CA08 CB01 CE01 EA06 FA43
 GB04 GE06 GE07 JA07 JA20

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.